

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## XP-002238761

- AN - 1985-016307 [03]  
AP - JP19830088166 19830519; JP19830088166 19830519; [Based on J59213798]  
CPY - ASAE  
DC - E17  
FS - CPI  
IC - C07C67/58 ; C11B7/00 ; C12P7/64  
MC - E10-E04A E10-E04D E10-G02G  
M3 - [01] H401 H402 H481 H482 H721 H722 H723 J0 J011 J012 J013 J2 J271 J272  
J273 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M281 M282  
M283 M313 M321 M332 M343 M383 M391 M416 M620 M720 M903 N161 N164 Q271  
PA - (ASAE) ASAHI DENKA KOGYO KK  
PN - JP59213798 A 19841203 DW198503 004pp  
- JP4071119B B 19921112 DW199250 C11B7/00 004pp  
PR - JP19830088166 19830519  
XA - C1985-007015  
XIC - C07C-067/58 ; C11B-007/00 ; C12P-007/64  
AB - J59213798 Method for isolating glycerin ester having intermediate  
m.pt. from mixt. comprising fatty acid and glycerin ester comprises  
(A) fractionally crystallising fatty acid and high m.pt. glycerin  
ester fraction in non-polar solvent and filtering off the formed  
crystals, (B) adding the filter oil with an oil and alkali to remove  
residual fatty acid, and (C) fractionally crystallising glycerine  
ester of intermediate m.pt. fraction in a solvent and filtering the  
glycerin ester from the filtrate contg. glycerin ester of low m.pt.  
fraction.  
- Pref. (A) is carried out by adding the mixt. with non-polar solvent  
(e.g. n-hexane, isohexane, cyclohexane, n-heptane, n-octane, or  
isooctane; 2-8 wt. pts. per pts. of the mixt.) at -5 to +5 deg.C or  
n-hexane. (B) is carried out by adding the filtrate oil with oil  
(e.g. soybean oil, corn oil, colza oil, cotton seed oil or palm oil;  
0.2-2 wt. pts. per pt. of the filtrate). (C) is carried out by adding  
the alkali-treated oil with polar solvent (e.g. MEK, acetone, aq. or  
alcoholic mixt. of MEK or acetone; 1-10 wt. pts. per pt/ of alkali  
treated oil).  
- ADVANTAGE - The method isolates glycerin ester from fatty acid without  
degrading the ester.(0/0)  
IW - GLYCEROL ESTER ISOLATE FRACTION CRYSTAL FATTY ACID GLYCEROL ESTER  
REMOVE FATTY ACID  
IKW - GLYCEROL ESTER ISOLATE FRACTION CRYSTAL FATTY ACID GLYCEROL ESTER  
REMOVE FATTY ACID  
NC - 001  
OPD - 1983-05-19  
ORD - 1984-12-03  
PAW - (ASAE) ASAHI DENKA KOGYO KK  
TI - Glycerine ester isolation - by fractional crystallisation of fatty  
acid and glycerine ester, removing fatty acid etc.

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—213798

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和59年(1984)12月 3 日

C 11 B 7/00

6556—4H

C 07 C 67/58

6556—4H

C 12 P 7/64

6760—4B

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ グリセロールエステル類の分離方法

35号旭電化工業株式会社内

⑯ 特 願 昭58—88166

⑰ 発 明 者 安田望

⑱ 出 願 昭58(1983) 5 月 19日

東京都荒川区東尾久 7 丁目 2 番

⑲ 発 明 者 丸銭詔司

35号旭電化工業株式会社内

東京都荒川区東尾久 7 丁目 2 番

⑳ 出 願 人 旭電化工業株式会社

35号旭電化工業株式会社内

東京都荒川区東尾久 7 丁目 2 番

㉑ 発 明 者 早坂祐二

35号

東京都荒川区東尾久 7 丁目 2 番

㉒ 代 理 人 弁理士 羽鳥修

明 細 書

1. 発明の名称

グリセロールエステル類の分離方法

2. 特許請求の範囲

(1) 主成分が、脂肪酸とグリセロールエステル類からなる混合物より、中融点部グリセロールエステルを分離する方法に於いて、先ず、溶剤 (A) による溶剤分別により、脂肪酸及び高融点部グリセロールエステルを結晶部として分離し、次に、得られた濾液部に液状油物質 (B) を加えアルカリ脱酸により残余脂肪酸を除去した後、このアルカリ脱酸油を溶剤 (C) による溶剤分別により、中融点部グリセロールエステルを結晶部として、低融点部グリセロールエステルを濾液部として分離することを特徴とするグリセロールエステル類の分離方法。

(2) 溶剤 (A) が非極性溶剤であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のグリセロールエステル類の分離方法。

(3) 液状油物質 (B) が液状のグリセロールエ

テルであることを特徴とする特許請求の範囲第(1)又は(2)項記載のグリセロールエステル類の分離方法。

(4) 溶剤 (C) が極性溶剤であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)～(3)項の何れかに記載のグリセロールエステル類の分離方法。

(5) 非極性溶剤がヘキサンであることを特徴とする特許請求の範囲第(2)項記載のグリセロールエステル類の分離方法。

(6) 極性溶剤がアセトンであることを特徴とする特許請求の範囲第(4)項記載のグリセロールエステル類の分離方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はグリセロールエステル類の分離方法に関する。さらに詳しくは、主成分が、脂肪酸とグリセロールエステル類からなる混合物より、中融点部グリセロールエステルを分離する方法に関する。

酸価が異常に高くなった油脂、あるいは脂肪酸とグリセロールエステルのエステル基交換反応物

などのように、主たる成分が、脂肪酸とグリセロールエステル類からなる混合物を脂肪酸とグリセロールエステル類に分離する工業的方法には、アルカリ脱酸方法及び水蒸気蒸留方法等が知られている。アルカリ脱酸方法は、脂肪酸含量が比較的低い場合に適用出来るが、脂肪酸含量が高い場合にはグリセロールエステル類の石鹼混合物フーズへのロスが大きく適用出来ない。また、水蒸気蒸留方法は、グリセロールエステル及び／あるいは脂肪酸間のエステル交換が起こり、グリセロールエステルの組成が変化するため、望ましいグリセロールエステル組成物を得ることが出来ない。また脂肪酸とグリセロールエステル類の実験室的な分離方法としては、カラムクロマトグラフィーがあり、この方法では、グリセロールエステルの組成変化を起こすことなく脂肪酸とグリセロールエステル類の分離を行うことが出来る。しかし該カラムクロマトグラフィーでは、工程コストが高く工業的に適用することが不可能である。

本発明の目的は、主成分が脂肪酸とグリセロー

ルエステル類からなる混合物より、グリセロールエステル類の組成変化を起こすことなく脂肪酸とグリセロールエステル類とを分離する方法を提供することにある。また、それと同時にグリセロールエステル類より高品質の中融点部グリセロールエステルを分離する方法を提供することにある。

即ち、本発明のグリセロールエステル類の分離方法は、主脂肪酸とグリセロールエステル類からなる混合物より、先ず、溶剤(A)による溶剤分別により脂肪酸及び高融点部グリセロールエステルを結晶部として分離し、得られた濾液部に液状油物質(B)を加えアルカリ脱酸により残余脂肪酸除去した後、このアルカリ脱酸油を溶剤(C)による溶剤分別により、中融点部グリセロールエステルを結晶部として、低融点部グリセロールエステルを濾液部として分離することの特徴とするものである。

以下に本発明のグリセロールエステル類の分離方法について詳述する。

前記溶剤(A)としては、脂肪酸と高融点部グリ

セロールエステルをより選択的に結晶化させるものが望ましく、非極性溶剤が有効に使用できる。そのような有効に使用出来る非極性溶剤としては、n-ヘキサン、イソヘキサン、シクロヘキサン、n-ヘプタタン、n-オクタン、イソオクタン等が挙げられるが、特にn-ヘキサン、イソヘキサン(混合物)等のヘキサンがより有効に使用出来る。

前記液状油物質(B)としては、常温で液体の油状物質が有効に使用できるが、特に、常温で液状のグリセロールエステル、例えば、大豆油、コーン油、ナタネ油、棉実サラダ油、あるいは、パーム油、マウア脂、サル脂、シア脂等がより有効に使用出来る。

前記溶剤(C)としては、極性溶剤、非極性溶剤ともに有効に使用出来るが、極性溶剤が好ましく、特に、メチルエチルケトン、アセトン、メチルエチルケトンあるいはアセトンと水の混合物、メチルエチルケトンあるいはアセトンとアルコールの混合物、ヘキサンとアルコールの混合物等がよ

り有効に使用出来る。これらのなかでも特にアセトンが簡便に且つ有効に使用出来る。

溶剤分別に用いる溶剤としては、効果が同一であれば、二種以上の混合系溶剤よりも、単一溶剤の方が回収率が単純化されるという点でより望ましい。

溶剤(A)の使用量は原料(主成分が、脂肪酸とグリセロールエステル類からなる混合物)1重量部に対して2重量部から8重量部が望ましく、より望ましくは、3重量部から5重量部である。このときの分別温度は溶剤の種類及びその使用量によって異なるが、ヘキサンの場合、-5℃から5℃が望ましい。この溶剤分別で得られた濾液部1重量部に対して、液状油物質(B)0.2重量部から2重量部添加することにより、効果的にアルカリ脱酸することが出来る。

また溶剤(C)の使用量はアルカリ脱酸油1重量部に対して1重量部から10重量部が望ましく、より望ましくは1.5重量部から4重量部である。このときの分別温度は溶剤の種類及びその使用量

によって異なるが、ヘキサンの場合-15℃から-5℃、アセトンの場合、-5℃から+2℃が望ましい。

本発明の方法によって得られる中融点部グリセロールエステルは主にカカオバター代用脂として用いられるが、脂肪酸が多く含まれる混合物より該中融点部グリセロールエステルを分取する際、最も注意しなければならないことは、グリセロールエステル間及びグリセロールエステルと脂肪酸間のランダムエステル交換を最小限に抑制することである。その理由は脂肪酸が多く含まれる場合、工程中にランダムエステル交換が非常に起こりやすく、グリセロールエステルの組成変化が起こり、従って物性変化が起こりやすいからである。通常の食用油脂の製造の際には組成変化及び物性変化によってそれほど大きな影響を受けないが、カカオバター代用脂あるいはその原料となる中融点部グリセロールエステルの製造の場合には、一担組成変化つまり物性変化の起こったものは、カカオバター代用脂あるいはその原料として使用出

来ない。

本発明のグリセロールエステル類の分離方法は脂肪酸含量が約20%以上含有される高酸価のグリセロールエステルに有効に適用出来る。このような原料を先ずヘキサンのような非極性溶剤(A)で溶剤分別するのであるが、この溶剤分別では主に飽和脂肪酸、モノグリセリド、ジグリセリドおよび高融点トリグリセリド等の成分が結晶部として除去される。得られた濾液部の脂肪酸含量は原料の脂肪酸含量の約半分程度になる。残余の脂肪酸の主体は不飽和脂肪酸である。この濾液部に液状油物質(B)を添加してアルカリ脱酸することにより、中融点グリセロールエステルのフーズのロスを低減させることができる。またこのアルカリ脱酸では残余のモノグリセリド、ジグリセリドが除去される。この脱酸油を必要に応じて湯洗およびあるいは漂白し、さらに溶剤(C)で溶剤分別することにより、結晶部に品質良好な中融点部グリセロールエステルを分離分取することができる。該中融点部グリセロールエステルは漂白

および脱臭することにより、カカオバター代用脂あるいはカカオバター代用脂原料として使用することが出来る。

以下に実施例を示し、本発明をより詳細に説明する。

#### 実施例 1

ステアリン酸9部とサル脂軟部油10部をヘキサン溶媒中でリゾブスデレマー由来のリパーゼによりエステル基交換反応を行い、酸価97.7(脂肪酸含量49%)の反応油を得た。この反応油のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸50.2%、ジグリセリド6.1%、トリグリセリド43.4%であった。この反応油1部にヘキサン4部を加え、加熱溶解した後、4℃まで冷却し、結晶部と濾液部に濾別した。濾液部の収率は60.7%、酸価53.2(脂肪酸含量約26.6%)であった。この濾液部のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸32.4%、ジグリセリド6.0%、

トリグリセリド61.6%であった。この濾液部6部に液状油4部を混合し、アルカリ脱酸を行った。脱酸油のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸0%、ジグリセリド6.1%、トリグリセリド93.9%であった。この脱酸油1部にn-ヘキサン1.7部を混合し、加熱溶解した後冷却し、-7℃で溶剤分別を行った。結晶部の収率は、31.5%であり、得られた結晶部の性状を調べたところカカオバター代用脂の原料として非常に良好であった。

#### 実施例 2

実施例1で得た脱酸油1部にアセトン2.2部を混合し、加熱溶解した後0℃で溶剤分別を行った。結晶部の収率は28.7%であり、得られた結晶部の性状を調べたところ、カカオバター代用脂の原料として非常に良好であった。特にチョコレートテンパリング作業性の良好な原料であった。

#### 実施例 3

ステアリン酸9部とバーム軟部油10部をヘキ

サン溶媒中でリゾブスデレマー由来のリパーゼによりエステル基交換反応を行い、酸価96.2の(脂肪酸含量48%)の反応油を得た。この反応油のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸57.4%、ジグリセリド5.6%、トリグリセリド36.8%であった。この反応油1部にヘキサン4部を加え、加熱溶解した後、2℃で分別した。濾液部の収率は61.3%、酸価58.4(脂肪酸含量約29.2%)であった。この濾液部のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸33.0%、ジグリセリド6.1%、トリグリセリド60.9%であった。この濾液部5部に液状油5部を混合し、アルカリ脱酸を行った。脱酸油のシリル化物のガスクロマトグラフィーによる組成分析(相対感度考慮していない)では、脂肪酸0%、ジグリセリド3.9%、トリグリセリド96.1%であった。この脱酸油1部にn-ヘキサン1.5部を混合し、加熱溶解した後冷却し、-7℃で溶剤分別を行った。

結晶部の収率は、19.1%であり、得られた結晶部の性状を調べたところカカオバター代用脂の原料として非常に良好であった。

## 比較例1

実施例1の、リパーゼによるエステル基交換反応の反応油(酸価97.7)を水蒸気蒸留法により脱酸した。この方法は、一般にフィジカルリファイニングと呼ばれる脱酸方法である。この脱酸油は酸価12.8であった。この脱酸油をさらに通常のアルカリ脱酸方法で脱酸した。このアルカリ脱酸油を二段溶剤分別にかけ、中融点部グリセロールエステルを分取したが、カカオバター代用脂としては使用し得ないものであった。

## 比較例2

実施例1の、リパーゼによるエステル基交換反応の反応油(酸価97.7)を通常のアルカリ脱酸方法で脱酸したが、中性油がフーツから分離しなかった。

## 手 続 補 正 書

昭和58年6月29日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

## 1. 事件の表示

特願昭58-88166号

## 2. 発明の名称

グリセロールエステル類の分離方法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人  
(038) 旭電化工業株式会社

## 4. 代 理 人

東京都港区赤坂九丁目6番29号  
パシフィック乃木坂601号  
☎107 電03(479)253-1  
(7653) 弁理士 羽 鳥 修

## 5. 補正命令の日付

自発補正(出願日から1年3ヶ月以内の補正)

## 6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄。

## 7. 補正の内容

(1)第4頁8行の「主脂肪酸」を「主に脂肪酸」と補正。

(2)第5頁5行の「n-ヘブタン」を「n-ヘプタン」と補正。

(3)第5頁13行の「シア脂等が」を「シア脂等の分別軟部油が」と補正。

以上

